

(19)日本国特許庁 (J P)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-2607

(43)公開日 平成11年 (1999) 1月6日

(51)Int. Cl. ⁶	識別記号	F I
G 0 1 N 21/73		G 0 1 N 21/73
1/02		1/02 A
1/22		1/22 L
1/28		21/68
21/68		1/28 T
審査請求 有 請求項の数 6 O L (全 5 頁)		

(21)出願番号 特願平9-156981

(22)出願日 平成9年 (1997) 6月13日

(71)出願人 000004237

日本電気株式会社

東京都港区芝五丁目7番1号

(72)発明者 辻 幹生

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式
会社内

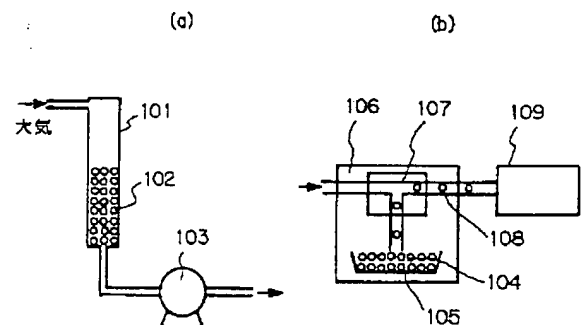
(74)代理人 弁理士 若林 忠

(54)【発明の名称】 大気中微量不純物の分析方法

(57)【要約】

【課題】 サンプリングの簡略化を図ると共に、高感度かつ簡便に大気中、特にクリーンルーム雰囲気中の微量不純物の分析ができる分析法を提供すること。

【解決手段】 粒子状吸着剤を充填したカラムもしくは均一に分散させたフィルターを通じて大気を吸引し、該粒子状吸着剤に大気中の微量不純物成分を吸着させた後、該粒子状吸着剤の組成分析を行う。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒子状吸着剤を充填した吸着カラムを通じて大気を吸引し、該粒子状吸着剤に大気中の微量不純物成分を吸着させた後、該粒子状吸着剤の組成分析を行うことを特徴とする大気中微量不純物の分析方法。

【請求項2】 前記粒子状吸着剤の組成分析方法が、不純物が吸着された粒子状吸着剤をプラズマ中に導入しイオン化し、その際生ずる発光の発光強度および発光スペクトルを測定することにより、粒子状吸着剤に吸着されている不純物元素の定量および同定を行うことを特徴とする請求項1に記載の大気中微量不純物の分析方法。

【請求項3】 前記粒子状吸着剤の組成分析方法が、不純物が吸着された粒子状吸着剤をプラズマ中に導入しイオン化し、生成したイオンを質量分析器に導入することにより、粒子状吸着剤に吸着されている不純物元素の定量および同定を行うことを特徴とする請求項1に記載の大気中微量不純物の分析方法。

【請求項4】 粒子状吸着剤を均一に分散させたフィルターを通じて大気を吸引し、該粒子状吸着剤に大気中の微量不純物成分を吸着させた後、該粒子状吸着剤の組成分析を行うことを特徴とする大気中微量不純物の分析方法。

【請求項5】 前記粒子状吸着剤の組成分析方法が、不純物が吸着された粒子状吸着剤をフィルター上から吸引した後プラズマ中に導入しイオン化し、その際生ずる発光の発光強度および発光スペクトルを測定することにより、粒子状吸着剤に吸着されている不純物元素の定量および同定を行うことを特徴とする請求項4に記載の大気中微量不純物の分析方法。

【請求項6】 前記粒子状吸着剤の組成分析方法が、不純物が吸着された粒子状吸着剤をフィルター上から吸引した後プラズマ中に導入しイオン化し、生成したイオンを質量分析器に導入することにより、粒子状吸着剤に吸着されている不純物元素の定量および同定を行うことを特徴とする請求項4に記載の大気中微量不純物の分析方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は大気中微量不純物の分析方法に関し、特にクリーンルーム大気中の微量不純物を高精度でかつ簡便に分析することができる分析方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、半導体デバイスの進歩はめざましいが、デバイスの高集積化、微細化の進展とともに、半導体デバイスの製造環境、すなわちクリーンルーム大気中の微量不純物による汚染の影響が顕著になってきている。従って、高信頼性の半導体デバイスを歩留りよく製造するためにはクリーンルーム大気を高纯净度に維持する必要があるが、そのためには、クリーンルーム大気中

の微量不純物を高精度に分析する必要がある。

【0003】クリーンルーム大気中の分析方法としては、大気を吸引し、インピンジャー内に入れた捕集液中に大気中の不純物を捕集し、しかる後にこの捕集液中の不純物成分を分析する方法（インピンジャー捕集法）が知られている。

【0004】また、大気中不純物成分を吸着剤に吸着させた後、吸着剤を加熱し、脱離する不純物成分をガス・クロマトグラフィー等により分析する方法も知られている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来のインピンジャー捕集法では分析対象不純物の種類により捕集液の使い分けが必要となり、操作が煩雑であった。即ち、捕集液に不純物成分を溶解させることにより捕集していたため、対象不純物の捕集液への溶解度に応じて数種類の捕集液を準備する必要があったうえに、その後の組成分析の方法に応じてさらに捕集液を使い分ける必要があった。またその組成分析においても不純物の種類に応じて分析方法を選択する必要がある、分析に手間がかかるという問題があった。さらに、捕集時および捕集から分析に至るまでの間に、インピンジャーや捕集液あるいは捕集液を保管しておくための保管用器等からの汚染の影響により、高感度な分析が行えないという問題もあった。

【0006】一方、大気中不純物成分を吸着材に吸着させた後、吸着剤を加熱し、脱離してくる不純物成分を分析する方法では、吸着剤に吸着している不純物成分のすべてが加熱により吸着剤から脱離するとは限らないため、分析対象不純物量を正確に求めるのは難しいという問題があった。

【0007】本発明方法の目的は、上述した従来の分析方法における問題点を解消し、高精度でかつ簡便に大気中微量不純物の分析ができる新しい方法を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の第1の大気中微量不純物の分析方法は、粒子状吸着剤を充填した吸着カラムを通じて大気を吸引し、該粒子状吸着剤に大気中の微量不純物成分を吸着させた後、該粒子状吸着剤の組成分析を行うことを特徴とする大気中微量不純物の分析方法である。

【0009】本発明の第2の大気中微量不純物の分析方法は、粒子状吸着剤を均一に分散させたフィルターを通じて大気を吸引し、該粒子状吸着剤に大気中の微量不純物成分を吸着させた後、該粒子状吸着剤の組成分析を行うことを特徴とする大気中微量不純物の分析方法である。

【0010】本発明の大気中微量不純物の分析方法では、粒子状吸着剤を充填した吸着カラムを通じて大気を

吸引し、該粒子状吸着剤に大気中の微量不純物成分を吸着させるかあるいは、粒子状吸着剤を均一に分散させたフィルターを通じて大気を吸引し、該粒子状吸着剤に大気中の微量不純物成分を吸着させた後、該粒子状吸着剤の組成分析を行うことにより、サンプリングの簡略化が達成できると同時に、吸着された不純物の構成元素を一度に同定しかつ定量することにより、短時間にかつ簡便に不純物の組成分析が可能となる。また、捕集液を用いることがないため、捕集液からの汚染や捕集液を保管するための保管容器からの汚染を防止することができる。

【0011】さらに、本発明の分析方法では、吸着剤そのものを分析するため、吸着剤に吸着されている不純物成分の全量を正確に分析することができる。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明方法の好ましい実施の形態においては、粒子状吸着剤の組成分析方法として、第1の本発明方法の場合は不純物が吸着された粒子状吸着剤をプラズマ中に導入しイオン化し、その際生ずる発光の発光強度および発光スペクトルを測定することにより、粒子状吸着剤に吸着されている不純物元素の定量および同定を行う。第2の本発明方法の場合は不純物が吸着された粒子状吸着剤をフィルター上から吸引した後プラズマ中に導入しイオン化し、その際生ずる発光の発光強度および発光スペクトルを測定することにより、粒子状吸着剤に吸着されている不純物元素の定量および同定を行う。

【0013】本発明方法のもう一つの好ましい実施の形態においては、粒子状吸着剤の組成分析方法として、第1の本発明方法の場合は不純物が吸着された粒子状吸着剤をプラズマ中に導入しイオン化し、生成したイオンを質量分析器に導入することにより、粒子状吸着剤に吸着されている不純物元素の定量および同定を行う。第2の本発明方法の場合は不純物が吸着された粒子状吸着剤をフィルター上から吸引した後プラズマ中に導入しイオン化し、生成したイオンを質量分析器に導入することにより、粒子状吸着剤に吸着されている不純物元素の定量および同定を行う。

【0014】

【実施例】以下に、図面を参照しながら本発明方法の実施例について説明する。

【0015】実施例1

図1(a)に本発明の第1の実施例における試料のサンプリング方法についての概略図を示す。吸着カラム101内に、粒子状吸着剤102を充填した。次に粒子状吸着剤を充填したこの吸着カラムを通じて、大気を吸引ポンプ103によって吸引した。この時吸引された大気中の微量不純物成分が粒子状吸着剤に吸着され、不純物成分のサンプリングが行われた。

【0016】図1(b)に粒子状吸着剤の組成分析法の概略を示す。不純物成分が吸着された粒子状吸着剤10

4を試料容器105に入れ、試料導入部106にセットした。次にアスピレータ107により粒子状吸着剤を吸引した。この時のキャリアガスとして、He、Ar等の不活性ガスを使用する。アスピレータにより吸引された粒子状吸着剤108はキャリアガスに運ばれて、分析器109において組成分析された。この時粒子状吸着剤そのものの組成分析を行うため、粒子状吸着剤に吸着されている微量不純物の全量を知ることができた。

【0017】図2に粒子状吸着剤の組成分析方法として発光分光法を用いた場合について示す。アスピレータ201で吸引された粒子状吸着剤202はキャリアガスとともに、プラズマ203中に導入されイオン化された。プラズマの発生は石英製のトーチ204に高周波電源205より高周波を印加することによって行われる。この時に生ずる発光の発光強度および発光スペクトルを分光器206によって測定した。分光器を2台以上設置し、同時に発光する元素の組み合わせと元素の量から、不純物成分の組成を知ることができた。

【0018】図3に粒子状吸着剤の組成分析方法として質量分析法を用いた場合について示す。アスピレータ301で吸引された粒子状吸着剤302はキャリアガスとともに、プラズマ303中に導入された。プラズマの発生は石英製のトーチ304に高周波電源305より高周波を印加することによって行われる。このプラズマ中で粒子状吸着剤の成分元素および不純物成分元素はイオン化され、生成したイオンは質量分析部306に導かれ、ここで質量分析され、検出器307で検出された。この時の質量数およびイオン強度から各元素の同定および定量を行った。質量分析を用いる方法は、発光分光を用いる方法よりもさらに感度を向上させることができ、より微量な不純物成分の分析が可能となる。

【0019】実施例2

図4(a)に本発明の第2の実施例における試料のサンプリング方法の概略図を示す。粒子状吸着剤401を均一に分散させた分析用フィルター402をフィルターホルダー403にセットした。次に、粒子状吸着剤を分散させたこの分析用フィルターを通じて、大気を吸引ポンプ404によって吸引した。この時吸引された大気中の微量不純物成分が粒子状吸着剤に吸着され、不純物成分のサンプリングが行われた。

【0020】図4(b)に粒子状吸着剤の組成分析法の概略を示す。不純物成分が吸着された粒子状吸着剤405が均一に分散された分析用フィルター406を、試料導入部407内の分析用フィルターホルダー408にセットした。次にアスピレータ409により分析用フィルター上の粒子状吸着剤を吸引した。この時のキャリアガスとして、He、Ar等の不活性ガスを使用する。アスピレータにより吸引された粒子状吸着剤410はキャリアガスに運ばれて、分析器411において組成分析された。この時粒子状吸着剤そのものの組成分析を行うた

め、粒子状吸着剤に吸着されている微量不純物の全量を知ることができた。アスピレータおよび分析用フィルターホルダーを走査することにより、分析用フィルター全面の粒子状吸着物を効率よく吸引することができる。

【0021】比較例

図5に従来法として、インピンジャー捕集法の概略を示す。内部に捕集液501を例えば10ml入れたインピンジャー502を吸引ポンプ503に連結した。吸引ポンプによってインピンジャー内に導入された大気中の不純物成分は、バブリングによって捕集液中に溶解した。この時、不純物成分の捕集液への溶解度に応じて捕集液を数種類用意する必要がある。そのため、インピンジャーを複数個用意する必要がある。例えば、陽イオン(NH_4^+ 等)や陰イオン(Cl^- , NO_2^- , NO_3^- , SO_4^{2-} 等)の捕集には超純水を用い、金属不純物の分析には希酸(希釈 HNO_3 , 希釈 HCl 等)の溶液を用いる必要がある。さらに有機物成分に関しては、超純水や有機溶剤等を用いる必要がある。

【0022】次いで、不純物成分が溶解した捕集液を分析した。この際、不純物成分の種類と捕集液の種類に応じて、複数の異なった分析方法が必要となるため、分析器504も複数必要となり、分析に手間がかかると同時に、分析時間も長くなる。

【0023】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の大気中微量不純物の分析方法は、大気中の微量不純物成分を粒子状吸着剤に吸着させた後、この粒子状吸着剤の組成分析を行うことによって、サンプリングの簡略化が達成できると同時に、短時間にかつ簡便に不純物の組成分析が可能となる。また、従来法で問題となっていた、捕集液や保管容器等からの汚染も防止することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明方法の実施例1を説明するための図面で、(a)は試料のサンプリング法についての概略図、(b)は粒子状吸着剤の組成分析法の概略図

【図2】粒子状吸着剤の組成分析方法として、発光分光法を用いた場合の概略図

【図3】粒子状吸着剤の組成分析方法として、質量分析法を用いた場合の概略図

【図4】本発明方法の実施例2を説明するための図面で、(a)は試料のサンプリング法の概略図、(b)は

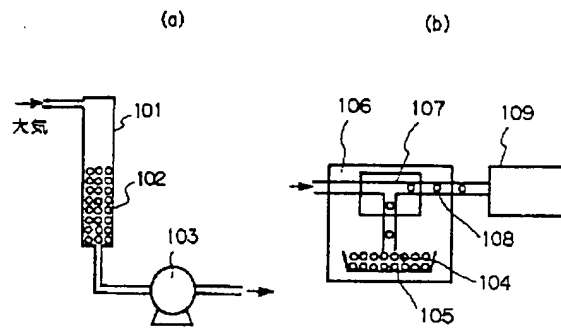
粒子状吸着剤の組成分析法の概略図

【図5】従来法のインピンジャー捕集法の概略図で、(a)は捕集図、(b)は捕集液の分析操作図

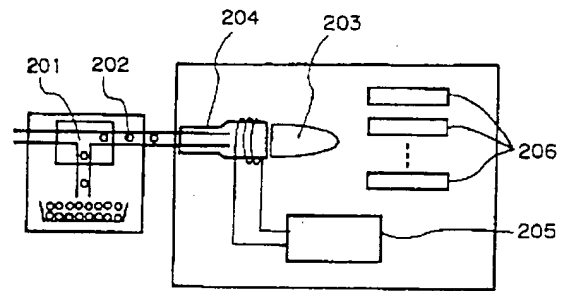
【符号の説明】

101	吸着カラム
102	粒子状吸着剤
103	吸引ポンプ
104	粒子状吸着剤
105	試料容器
106	試料導入部
107	アスピレータ
108	粒子状吸着剤
109	分析器
201	アスピレータ
202	粒子状吸着剤
203	プラズマ
204	プラズマトーチ
205	高周波電源
206	分光器
301	アスピレータ
302	粒子状吸着剤
303	プラズマ
304	プラズマトーチ
305	高周波電源
306	質量分析部
307	検出器
401	粒子状吸着剤
402	分析用フィルター
403	フィルターホルダー
404	吸引ポンプ
405	粒子状吸着剤
406	分析用フィルター
407	試料導入部
408	分析用フィルターホルダー
409	アスピレータ
410	粒子状吸着剤
411	分析器
501	捕集液
502	インピンジャー
503	吸引ポンプ
504	分析器

【図1】

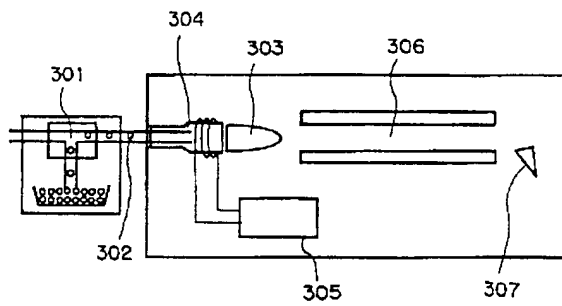


【図2】



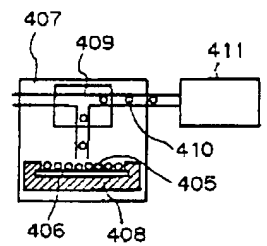
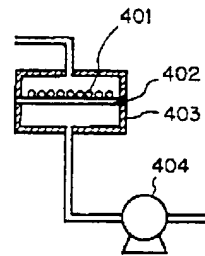
【図4】

【図3】



(a)

(b)



【図5】

